(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平9-255869

(43)公開日 平成9年(1997)9月30日

	77/00	識別記号 KKQ	庁内整理番号	F I C 0 C 0	8 L	77/00 3/04		KKQ	技術表示箇所
C 0 8 K	3/04 5/3462 5/35	KKZ		2.0	o n	5/3462 5/35		KKZ	
	7/02	KLC	審査請求	未請求	請才	7/02 R項の数 8	FD	KLC (全 12 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号		<b>特願平8-93376</b>		(71)	出願。			学工業株式会	社
(22)出願日		平成8年(1996)3月	₹21日	(72)	発明	者 林 昭	彦 市讃良		日7番14号 オリヱント化
				(72)	発明	• • • • •	市讚良		オリヱント化
				(74)	代理》	人 弁理士	高良	尚志	

## (54) 【発明の名称】 黒色ポリアミド樹脂組成物

### (57)【要約】

【課題】 外観、表面光沢、機械的特性、及び耐光性が 良好な、繊維補強された又は繊維補強されない成形物を 製造することができる、黒色ポリアミド樹脂組成物の提 供。

【解決手段】 実質上、ポリアミド樹脂及び着色剤からなるポリアミド樹脂組成物における着色剤として、ニグロシン、アニリンブラック及びカーボンブラックを含有させる。

10

2

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】実質上、ポリアミド樹脂及び着色剤からなるポリアミド樹脂組成物であって、着色剤として、ニグロシン、アニリンブラック及びカーボンブラックを含有することを特徴とする黒色ポリアミド樹脂組成物。

【請求項2】実質上、ポリアミド樹脂、着色剤及び繊維 状補強材からなるポリアミド樹脂組成物であって、着色 剤として、ニグロシン、アニリンブラック及びカーボン ブラックを含有することを特徴とする黒色ポリアミド樹 脂組成物。

【請求項3】繊維状補強材がガラス繊維である請求項2 記載の黒色ポリアミド樹脂組成物。

【請求項4】ポリアミド樹脂に対し、繊維状補強材が1 0乃至120重量%である請求項2又は3記載の黒色ポリアミド樹脂組成物。

【請求項5】ポリアミド樹脂がナイロン6 および/またはナイロン66である請求項1、2、3又は4記載の黒色ポリアミド樹脂組成物。

【請求項6】ポリアミド樹脂に対し、ニグロシンが0.01乃至50重量%、アニリンブラックが0.001乃 20至40重量%、カーボンブラックが0.001乃至20重量%である請求項1、2、3、4又は5記載の黒色ポリアミド樹脂組成物。

【請求項7】ニグロシンとアニリンブラックとカーボンブラックの総重量に対し、ニグロシンが40乃至95重量%、アニリンブラックが4乃至50重量%、カーボンブラックが1乃至30重量%である請求項1、2、3、4、5又は6記載の黒色ポリアミド樹脂組成物。

【請求項8】着色剤の一部が高級脂肪酸塩である請求項 1、2、3、4、5、6又は7記載の黒色ポリアミド樹 30 脂組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、外観、表面光沢、 機械的特性及び耐光性が良好な、黒色ポリアミド樹脂組 成物に関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】ポリアミド樹脂は、機械的及び熱的性質並びに耐油性に優れているため、自動車や電気・電子製品等の部品の分野にお 40 けるプラスチック成形品に広く用いられている。また、ポリアミド樹脂に繊維状補強材やその他の材料を配合することにより、そのポリアミド樹脂の機械的特性、耐熱性、耐薬品性等を向上させて広範囲な工業的用途に適合させることが、試みられ、又は実用されている。特に近時においては、自動車や自転車等において従来金属製であった部品を、軽量化、腐食回避、及び製造工程の合理化等の観点から、繊維強化ポリアミド樹脂製に代える動きが顕著である。

【0003】ポリアミド樹脂の着色は、装飾、色分け、

プラスチックの耐光性向上、内容物の保護や隠蔽等の目的で行われ、産業界では、黒色の着色成形物が最も重要である。ポリアミド樹脂の黒色着色は、従来から、カーボンブラック、黒色含金染料、アジン系染料及びベリノンブラック等の無機顔料や有機染顔料により行われている。

【0004】すなわち、ボリアミド樹脂をカーボンブラック及びニグロシン(アジン系染料)で着色した特公昭60-43379号記載の成形用配合物;ボリアミド樹脂をニグロシン(アジン系染料)及び銅フタロシアニン顔料で着色した樹脂組成物;ボリアミド樹脂に酸化マグネシウム及びカーボンブラックを添加した特開平3-79665号記載のボリアミド樹脂組成物等が知られている

【0005】また、繊維強化したポリアミド樹脂の着色としては、ナイロン66/6共重合体、ガラス繊維、無機鉱物粉末及びアジン系染料からなる特開昭62-246958号記載のポリアミド系車輛用部材;ポリアミド樹脂、変性ポリオレフィン、繊維状補強材及びカーボンブラックからなる特開平3-50263号記載の熱可塑性樹脂組成物;ポリアミド樹脂、表面処理されたガラス繊維及びアジン系染料からなる特開平6-128479号記載のガラス繊維強化黒色ポリアミド樹脂組成物等が例示される。

【0006】これらの着色樹脂組成物は、外観、表面光沢、機械的特性、耐光性等について十分に満足し得るものではなかった。特に近年においては、屋外において使用される製品にポリアミド樹脂製品が広く利用されているため、より優れた耐光性を示す黒色ポリアミド樹脂組成物が市場から強く要望されている。

【0007】本発明は、従来技術に存した上記のような 課題に鑑み行なわれたものであって、その目的とすると ころは、外観、表面光沢、機械的特性、及び耐光性が良 好な、繊維補強された又は繊維補強されない成形物を製 造することができる、黒色ポリアミド樹脂組成物を提供 することにある。

[0008]

【課題を解決するための手段】本発明者は、ニグロシン、アニリンブラック及びカーボンブラックにより着色した黒色ボリアミド樹脂組成物の成形物が、外観、表面光沢、機械的特性及び耐光性の何れにも優れることを見出し、本発明を完成した。

【0009】すなわち、上記目的を達成する繊維補強されない本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物は、実質上、ポリアミド樹脂及び着色剤からなるポリアミド樹脂組成物であって、着色剤として、ニグロシン、アニリンブラック及びカーボンブラックを含有する。

【0010】また、上記目的を達成する繊維補強された本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物は、実質上、ポリア 50 ミド樹脂、着色剤及び繊維状補強材からなるポリアミド

樹脂組成物であって、着色剤として、ニグロシン、アニ リンブラック及びカーボンブラックを含有するものであ

【0011】本発明における着色剤は、ポリアミド樹脂 との分散性及び相溶性が良好なため、カーボンブラック 等の黒色顔料のみを着色剤とした場合に比し、ドライカ ラー法においてもより均一な黒色にポリアミド樹脂を着 色することができる。この均一着色効果は、特に、繊維 状補強材の影響を受けるため著しく着色剤が分散しにく い、繊維状補強材を含有するポリアミド樹脂組成物にお 10 いて顕著である。

【0012】本発明の着色剤中のニグロシン及びアニリ ンブラックは、成形処理中に、ポリアミド樹脂に対して 結晶遅延剤としての働きを示す。このため、金型を用い てポリアミド樹脂を成形する場合に、そのポリアミド樹 脂の結晶化速度が良好に調節され、黒色ポリアミド樹脂 組成物が金型内の隅々まで広がるので、成形の精度が向 上すると共に、成形物の表面に細かい凹凸ができにくい ため外観及び光沢の良好な成形物が得られる。

【0013】以下の記述は、繊維補強されないものと繊 20 維補強されたものとを区別している場合を除き、繊維補 強されない本発明の黒色ボリアミド樹脂組成物と繊維補 強された本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物に共通す る。

【0014】上記ポリアミド樹脂の具体例としては、ナ イロン6、ナイロン66、ナイロン46、ナイロン1 1、ナイロン12、ナイロン69、ナイロン610、ナ イロン612、ナイロン96、非晶質性ナイロン、ナイ ロンRIM、ナイロンMIX6等;それらの2種類以上 のものの共重合体、すなわち、ナイロン6/66共重合 30 体、ナイロン6/66/610共重合体、ナイロン6/ 66/11/12共重合体、結晶性ナイロン/非結晶性 ナイロン共重合体等を挙げることができる。また本発明 のポリアミド樹脂は、ポリアミド樹脂と他の合成樹脂と の混合重合体であってもよい。そのような混合重合体の 例としては、ポリアミド/ポリエステル混合重合体、ポ リアミド/ポリフェニレンオキシド混合重合体、ポリア ミド/ポリカーボネート混合重合体、ポリアミド/ポリ オレフィン混合重合体、ポリアミド/スチレン/アクリ ロニトリル混合重合体、ポリアミド/アクリル酸エステ 40 ル混合重合体、ポリアミド/シリコーン混合重合体等を 挙げることができる。これらのポリアミド樹脂は、単独 で、或は2種類以上を混合して用いることができる。

【0015】着色剤の使用量は、一般的樹脂着色(低着 色濃度成形物)の場合、ポリアミド樹脂に対し0.01 乃至10重量%とすることができる。好ましくは0.0 1乃至5重量%、機械的物性を考慮すると、特に好まし くは0.01乃至1.0重量%である。また、マスター バッチ(高着色濃度成形物)の場合の着色剤の使用量

とができる。好ましくは20乃至35重量%である。 【0016】着色剤の各成分の使用量は、ポリアミド樹 脂に対し、ニグロシンが0.01乃至50重量%、アニ リンブラックが0.001乃至40重量%、カーボンブ ラックが0.001乃至20重量%とすることができ る。好ましくは、ポリアミド樹脂に対し、ニグロシンが 0.01乃至30重量%、アニリンブラックが0.01 乃至10重量%、カーボンブラックが0.01乃至5重 量%である。

【0017】また、ニグロシンとアニリンブラックとカ ーボンブラックの総重量に対し、ニグロシンが40乃至 95重量%、アニリンブラックが4乃至50重量%、カ ーボンブラックが1乃至30重量%である場合、成形物 の外観及び表面光沢が良好で、機械的物性が優れていて

【0018】上記ニグロシンは、C. I. SOLVEN TBLACK5&C. I. SOLVENTBLACK7 としてCOLORINDEXに記載されているような、 黒色のアジン系縮合混合物である。その合成は、例え ば、アニリン、アニリン塩酸塩及びニトロベンゼンを、 塩化鉄の存在下、反応温度160乃至180℃で酸化及 び脱水縮合することにより行い得る。

【0019】ニグロシンは、反応条件、仕込み原料及び 仕込比によって、種々の異なる化合物の混合物として生 成するものであり、各種のトリフェナジンオキサジン及 びフェナジンアジン等のアジン系化合物の混合物と推定 されている。

【0020】市販されているニグロシンとしては、スピ リットブラックSB、スピリットブラックAB、スピリ ットブラックSA(以上、C. I. SOLVENTBL ACK5);ニグロシンベースEE、ニグロシンベース EX、ニグロシンベースEX-BP(以上、C. I. S OLVENTBLACK7) 等を例示することができる [何れもオリヱント化学工業社製のニグロシンの商品

【0021】上記アニリンブラックは、例えばC. I. PIGMENTBLACK1&UTCOLORINDE Xに記載されているような、黒色のアニリン誘導体等の 酸化縮合混合物であり、酸化縮合の反応条件により、数 種の中間体や副生物との混合物になる。その合成は、例 えば、塩酸アニリン及びアニリンを反応温度40乃至6 0℃で1乃至2日間酸化縮合させたものを、硫酸酸性の 重クロム酸塩の溶液に短時間浸すことにより完全に酸化 縮合させることによって、黒色系混合物として得ること

【0022】市販されているアニリンブラックとして は、モノライトブラックB、モノライトブラックBX、 モノライトブラックXBE-HD(以上、ICI社製の アニリンブラックの商品名); NO. 2スーパーブラッ は、ポリアミド樹脂に対し20乃至50重量%とすると(50)ク、NO.2アニリンブラック、NO.25)アニリン

ブラック(以上、東京色材社製のアニリンブラックの商 品名);ダイアモンドブラック#300、ダイアモンド ブラックS(以上、野間化学社製のアニリンブラックの 商品名);ダイアモンドブラックS(大東化成社製のア ニリンブラックの商品名);パリオトールブラックDO 080、パリオトールブラックK0080、パリオトー ルブラックLOO8O、セグナールライトブラックSN T、ターモソリッドスープラブラックSNT、ピグメン トブラックA(以上、BASF社製のアニリンブラック の商品名) 等を例示することができる。

【0023】上記カーボンブラックは、チャンネルブラ ック、ファーネスブラック、アセチレンブラック等の、 例えば、C. I. PIGMENTBLACK7としてC OLORINDEXに記載されているものである。 【0024】市販されているカーボンブラックとして は、#44、#45、#55、#600、#960、# 2300 (以上、三菱化学社製のカーボンブラックの商 品番号);#201、#1204(以上、昭和電工社製

のカーボンブラックの商品番号);#G GPF、#1\*

\*OOFEF、#S SRF、#SL SRF-LM(以 上、北炭商事社製のカーボンブラックの商品番号);# 200HAF, #10FEF, #50SRF, #55 GF(以上、日鉄化学社製のカーボンブラックの商品番 号);旭#55、旭#60H、旭#70、旭#80(以 上、旭サーマル社製のカーボンブラックの商品番号)等 を例示することができる。

【0025】本発明における着色剤としてのニグロシン 及びアニリンブラックには、それぞれニグロシンの高級 脂肪酸塩又は金属塩及びアニリンブラックの高級脂肪酸 塩又は金属塩が含まれる。ニグロシン及びアニリンブラ ックは、高級脂肪酸塩又は金属塩とのイオン反応より、 例えば下記式(1)のように着色剤の高級脂肪酸塩を生 成する。前記着色剤の高級脂肪酸塩の製造には、着色剤 と高級脂肪酸が反応する方法であれば、公知の製造方法 を使用することができ、特に限定されない。水系及び非 水系(有機溶剤系)の何れの反応によっても製造すると とができる。

## [着色剤塩基] + +RCOO → [着色剤塩基] + (RCOO) - ···(I) (カチオン成分) (高級脂肪酸のアニオン成分) (着色剤の高級脂肪酸塩)

本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物は、着色剤の各成分 (すなわち、ニグロシン、アニリンブラック) の1以上 を別々に高級脂肪酸塩化した後、それをポリアミド樹脂 と混合して調製することもでき、高級脂肪酸塩化されて いない着色剤の混合物の一部又は全部を高級脂肪酸塩化 してポリアミド樹脂と混合して調製することもできる。 具体的には、例えばニグロシンと高級脂肪酸を有機溶剤 系で反応させ、その生成物をスプレー乾燥させたもの ンダーで均一に粉体混合した着色剤を用いることもで き、また、ニグロシンとアニリンブラックを粉体混合し たものを、少量の有機溶剤を使用して水に馴染ませ、そ れを水系で高級脂肪酸の金属塩と反応させた後それを濾 過し、その濾取物を乾燥させたものに、カーボンブラッ クを加えて粉体混合した着色剤を用いることもでき、ニ グロシンと髙級脂肪酸、並びにそれとは異なる高級脂肪 酸とアニリンブラックを、それぞれ有機溶剤系で反応さ せて生成物をスプレー乾燥させた後、それらとカーボン ブラックとを粉体混合した着色剤を用いることもでき る。

【0026】本発明の着色剤の高級脂肪酸塩又は着色剤 の金属塩の合成には、例えば、炭素数6乃至24の、直 鎖状、分岐鎖状又は環状を示す飽和脂肪酸又は不飽和脂 肪酸のモノカルボン酸又はその金属塩を使用することが できる。このような高級脂肪酸の具体例としては、ラウ リン酸、ミリスチン酸、パルチミン酸、ステアリン酸、 オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ベヘニン酸等を 挙げることができる。好ましくは炭素数12乃至18の

リン酸、オレイン酸である。着色剤の高級脂肪酸塩の合 成には、一種類の高級脂肪酸又は二種類以上の高級脂肪 酸の混合物を用いることができる。混合脂肪酸として用 いうる。また、上記高級脂肪酸の金属塩としては、L i、Na、K等のアルカリ金属塩又はCa、Mg等のア ルカリ土類金属塩が好ましい。

【0027】このような高級脂肪酸及びその金属塩の市 販品の例としては、NAA-34、NAA-35、NA と、アニリンブラックと、カーボンブラックとを、ブレ 30 A-38、NAA-60、NAA-82、NAA-10 2 NAA-122 NAA-415 NAA-14 2, NAA-160, NAA-171, NAA-17 2, NAA-180, NAA-174, NAA-17 5、NAA-222S、NAA-222(以上、日本油 脂社製の高級脂肪酸の商品名);エクストラリノレイッ ク90、エクストラパルミトレイック90、エクストラ オレイック90、エクヤシ脂肪酸100、ヤシ脂肪酸3 00、パルミチン酸60、パルミチン酸90、TST-U、TST-P、ステアリン酸85、ステアリン酸9 40 0、ベヘン酸35、ベヘン酸70、ベヘン酸85、PM #200、PM#300、PM#810(以上、ミヨシ 油脂社製の高級脂肪酸の商品名);サンファット12、 サンファット14、サンファット16、サンファット1 8、ミクニワックス(以上、ライオン社製の高級脂肪酸 及びその金属塩の商品名); SS-40N、OSソー プ、FR-14 (以上、花王社製の高級脂肪酸金属塩の 商品名) 等を挙げることができる。

【0028】着色剤の各成分(ニグロシン、アニリンブ ラック)の全部又は一部が高級脂肪酸塩である場合、ボ モノカルボン酸、特に好ましくはパルチミン酸、ステア 50 リアミド樹脂に対する分散性及び溶解性が飛躍的に向上

する。特に、着色剤の分散に困難性がある繊維状補強材を含有するポリアミド樹脂組成物において、分散性及び溶解性向上の効果が高い。このように分散性及び溶解性が向上すると、着色剤が均一に分散して成形物の外観が美しくなると共に耐光性及び耐熱性が向上し、また成形物の機械的物性が安定すると共に耐薬品性が向上する。

【0029】本発明の黒色ボリアミド樹脂組成物は、用途・目的に応じ、各種の繊維状補強材を適量含有するものとすることができる。この繊維状補強材は、通常の合成樹脂の補強に用いるものであればよく、特に限定され 10ない。例えば、ガラス繊維、炭素繊維及び有機繊維(アラミド、ボリフェニレンスルフィド、ナイロン、ボリエステル及び液晶ボリマー等)等であり、好ましくはガラス繊維である。

【0030】ガラス繊維の場合、含アルカリガラス、低アルカリガラス、無アルカリガラスなどの何れを用いることもできる。好ましくは、Eガラス及びTガラスである。このガラス繊維としては、2乃至15mmの繊維長で、1乃至20μmの繊維径のものが好適に用いられる。ガラス繊維の形態についての制限は特にない。例えば、ロービング、ミルドファイバー、チョップドストランド等の何れの形態であってもよい。このようなガラス繊維は、二種以上を組み合わせて用いることもできる。【0031】ガラス繊維等の繊維状補強材の使用量は、樹脂成分100重量%に対して5乃至120重量%とすることができる。好ましくは10乃至60重量%、特に好ましくは20乃至50重量%である。5重量%未満の量では、ガラス繊維等による補強効果が十分には得られ難いことが多く、120重量%を越えると、成形性が低下するので適当でない。

【0032】上記のガラス繊維は、樹脂との親和性を高めるために、カップリング剤で表面処理されたものであってもよい。使用し得るカップリング剤の例としては、アミノシラン系、エポキシシラン系、ピニルシラン系及びメタクリルシラン系等のシラン系、並びに、チタネート系、アルミニウム系、クロム系、ジルコニウム系、ボラン系の各カップリング剤を挙げることができる。

【0033】 これらの中では、シラン系カップリング剤及びチタネート系カップリング剤が好ましい。特に好適なのは、シラン系カップリング剤であり、その具体例と 40しては、トリエトキシシラン、ビニルトリス(βーメトキシエトキシ)シラン、アーメタクリロキシプロビルトリメトキシシラン、βー(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、N-β(アミノエチル)ーアーアミノプロビルメチルジメトキシシラン、アーアミノプロビルメトリメトキシシラン、アータコロプロビルトリエトキシシラン、アークロロプロビルトリメトキシシラン等が挙げられる。 50

【0034】ガラス繊維を上記カップリング剤で表面処理する方法については、特に制限はなく、従来慣用されている水溶液法、有機溶媒法、スプレー法等の任意の方法を用いることができる。前記カップリング剤の使用量は、特に制限はないが、通常、それらの合計量が、ガラス繊維に対して、0.1乃至1.5重量%になるように用いられる。

【0035】本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物は、必要な各種添加剤を含有するものであってもよい。そのような添加剤の例としては、助色剤、分散剤、充填剤、安定剤、可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、帯電防止剤、潤滑剤、離型剤、結晶促進剤、結晶核剤、難燃剤、及び耐衝撃性改良用のエラストマー等が挙げられる。

【0036】助色剤としては、着色力の強化や色調の調整等のために必要な場合、少量の無機顔料、有機顔料又は有機染料を、本発明の目的を阻害しない範囲で含むことができる。

る。このガラス繊維としては、2乃至15mmの繊維長で、1乃至20μmの繊維径のものが好適に用いられで、1乃至20μmの繊維径のものが好適に用いられで、カラス繊維の形態についての制限は特にない。例えでは、ロービング、ミルドファイバー、チョップドストラでよりでは、ロービング、ミルドファイバー、チョップドストラでは、ロービング、ミルドファイバー、チョップドストラでは、ロービング、ミルドファイバー、チョップドストラでは、ロービング、ミルドファイバー、チョップドストラでは、カリカスをはい。このようなガラスは維性は、二種以上を組み合わせて用いることもできる。は、一般のアルキルナフタレンスルホン酸塩等が挙げられる。

【0038】 改質剤の例としては、アミノ変性シリコンオイル及びアルキル変性シリコンオイル等のケイ素化合物を挙げることができる。

【0039】紫外線吸収剤及び光安定剤の例としては、ベンゾトリアゾール系化合物、ベンゾフェノン系化合 物、サリシレート系化合物、シアノアクリレート系化合物、ベンゾエート系化合物、オギザアリド系化合物、ヒンダードアミン系化合物及びニッケル酸塩等が挙げられる

【0040】酸化防止剤の例としては、フェノール系化合物、リン系化合物、イオウ系化合物及びチオエーテル系化合物等が挙げられる。

【0041】抗菌・防カビ剤の例としては、2-(4'-チアゾリル)-ベンズイミダゾール、10,10'-オキシビスフェノキサアルシン、N-(フルオロジクロロメチルチオ)フタルイミド及びビス(2-ビルジルチオ-1-オキシド)亜鉛等が挙げられる。

【0042】難燃剤の例としては、テトラブロモビスフェノールA誘導体、ヘキサブロモジフェニルエーテル及びテトラブロモ無水フタル酸等のハロゲン含有化合物;トリフェニルホスフェート、トリフェニルホスファイト、赤リン及びポリリン酸アンモニウム等のリン含有化合物;尿素及びグアニジン等の窒素含有化合物;シリコンオイル、有機シラン及びケイ酸アルミニウム等のケイ素含有化合物;三酸化アンチモン及びリン酸アンチモン60等のアンチモン化合物等を挙げることができる。

【0043】潤滑剤の例としては、脂肪族アルコールの エステル、多価アルコールの部分エステル及び部分エー テル等が挙げられる。

【0044】無機充填剤の例としては、ガラスフレー ク、ガラスビーズ、シリカ、石英、無定形ケイ酸、タル ク、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、アルミナ、モ ンモリナイト、金属粉、カオリン、ケイ酸カルシウム、 雲母及び珪灰石等が挙げられる。

【0045】本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物の調製 は、任意の方法により行い得る。例えば、ポリアミド樹 10 脂のペレット又は粉末と、粉砕された着色剤及び繊維状 補強材と、必要に応じ各種添加物を、適当なミキサー中 で混合することにより行い得る。通常、これらの配合成 分は、より均一に分散させることが好ましい。そのため には、例えば、配合成分の一部を、混合機により別に十 分に混合した後、残りの成分と混合して均質化させる方 法(例えば、着色剤とポリアミド樹脂を別に十分に混合 した後、ガラス繊維を含む他の成分と混合する方法) や、予めドライブレンドされた組成物を、加熱した押出 機で溶融混練して均質化する方法等を用いることができ る。また、本発明の樹脂組成物の調製は適当な重合触媒 を含有するモノマーに着色剤を加え、重合によって所望 のポリアミド樹脂とすることによっても行い得る。成形 は、例えば押出機、射出成形機、ロールミル等の加工機 により行い得る。押出機で溶融混練して針金状に押出 し、それを所望の長さに切断して粒状化することもでき る。

【0046】また、本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物 のマスターバッチ(高濃度成形物)は、例えば、マスタ ットと着色剤をタンブラー又はスーパーミキサー等で混 合し、押出機、バッチ式混練機又はロール式混練機等を 用いて、加熱溶融法によりペレット化又は粗粒子化する ことにより得ることができる。また、例えば合成後未だ 溶液状態にあるマスターバッチ用ポリアミド樹脂に着色 剤を添加した後、溶媒を除去してマスターバッチを得る こともできる。

【0047】繊維状補強材を含有する黒色ポリアミド樹 脂組成物の調製は、より具体的には、例えば、ポリアミ ド樹脂、ニグロシン、アニリンブラック及びカーボンブ\*40 【0052】実施例1

\* ラックを混合した後、この混合物とガラス繊維等の繊維 状補強材とを通常の押出機を用いて溶融混練することに より、或は、ポリアミド樹脂とガラス繊維等の繊維状補 強材とを通常の押出機を用いて溶融混練する工程中に、 ニグロシン、アニリンブラック及びカーボンブラック を、定量供給装置を用いて混入しながら溶融混練するこ とにより、或は、ニグロシン、アニリンブラック及びカ ーボンブラックを高濃度に含有するポリアミド樹脂のマ スターバッチを作成し、このマスターバッチとポリアミ ド樹脂及びガラス繊維等の繊維状補強材を混合して、通 常の押出機により溶融混練することにより、得ることが できる。

【0048】本発明の黒色ポリアミド樹脂組成物は、例 えば射出成形、押出成形、圧縮成形、発泡成形、ブロー 成形、真空成形、インジェクションブロー成形、回転成 形、カレンダー成形、溶液流延等の、一般に行なわれる 何れの成形方法によっても成形可能である。

[0049]

【発明の効果】本発明の、繊維状補強材を含有する又は 含有しない黒色ポリアミド樹脂組成物の成形物は、着色 剤の樹脂に対する分散性及び溶解性が良好であり、ニグ ロシン及びアニリンブラックがポリアミド樹脂に対する 結晶遅延化剤としても働くため、外観、表面光沢、着色 の均一性及び結晶の均一性が良好であると共に、着色剤 を含有しない場合に比し、機械的特性の劣化がほとんど 生じない。また、この本発明の成形物は、特に耐光性が 優れていて、退色の速度が緩やかであると共に退色中の 色相変化がほとんど生じないので、自動車、電気・電子 製品等の分野の部品の材料として最適であり、広く用い ーバッチのベースとなるポリアミド樹脂の粉末又はペレ 30 ることができる。更に、この本発明の成形物が含有する 着色剤は、成形のための熱溶融によっても変退色せず、 また熱溶融時のポリアミド樹脂の流動性に支障を与えな

[0050]

【実施例】次に、実施例を挙げて本発明を具体的に説明 するが、勿論本発明はこれらのみに限定されるものでは

【0051】実施例1乃至10並びに比較例1乃至5 は、ポリアミド樹脂がナイロン6である例に関する。

ガラス強化ナイロン6 (ポリアミド樹脂:ガラス繊維=80:20の重量混合比 の繊維強化ポリアミド樹脂 宇部興産社製 商品名:1011GC-4) ・・・・

· · 100a

ニグロシン(オリヱント化学工業社製 商品名:スピリットブラックSA)

アニリンブラック(東京色材社製 商品名: No. 2 スーパーブラック) ・・

·· 0.09q

カーボンブラック(三菱化学社製 商品名:#960) ···· 0.03q

上記配合物をステンレス製タンブラーに入れ、1時間撹 拌混合した。

【0053】その後、混合物をベント式押出機(エンプ 50 ラ産業社製 商品名: E30SV) により250℃で溶

融混合して常法にて着色ペレットを作成し、このペレッ トを乾燥機に入れて80℃で3時間乾燥させた。

【0054】乾燥させた着色ペレットを、射出成形機 (川□鉄鋼社製 商品名:K50-C)を用いて、24 0℃で通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面 光沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片[48× 86×3 (mm)]を得た。

【0055】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を後記表3に示

【0056】なお、表1乃至表6において、ニグロシ ン:アニリンブラック:カーボンブラックの重量比を、 混合比(N:A:C) として示す。

#### 【0057】外観試験と評価

外観については、透過・反射兼用濃度計(マクベス社製

商品名:TR-927)を用いて試験片の反射濃度 \*

\*(OD値)を測定した。

【0058】一般に、反射濃度(OD値)が高いものの 方が、より表面の平滑性が高く、表面光沢が豊富である と判断される。

#### 【0059】耐光性試験と評価

サンシャインキセノンロングライフウェザメーター(島 津製作所社製 商品名: XW-1200A) を用い、0 06の試験条件のサイクル[下記条件のフェーズ]とフ エーズ2の繰り返し]で、200時間、400時間、6 00時間及び800時間照射した。各時間の照射後の試 験片の反射濃度(OD値)を、透過・反射兼用濃度計 (マクベス社製 商品名:TR-927)を用いて測定

【0060】サンシャインキセノンロングライフウェザ メーターによる耐光試験条件

[設定項目]	[フェーズ ] ]	[フェーズ2]
放射照度 (Wm/2) (E)	7 0	7 0
ブラックスタンダード温度(℃	63	5 0
降雨試験	なし	あり
湿度 (%)	6 0	_
時間 (min )	120	18

一般に、反射濃度(OD値)が高いものの方が、より表 面の平滑性が高く、表面光沢が豊富であり、照射時間の 経過に従いOD値がより大きく低下するものの方が、試 験片の色相の変退色がより進んでいるものと判断され る。

#### 【0061】アイゾット衝撃値の測定

アイゾット衝撃値の試験規格(JISK6810ノッチ 付き)に従い、アイゾット衝撃値測定試験(東洋精機社 30 製 商品名: ユニバーサルインパクトテスターB-12 2403800)を用いて試験片のアイゾット衝撃値を 測定した。

#### 【0062】引張り強さの測定

引張り強さの試験規格(JISK7113)に従い、引 張り強さ測定試験機(オリエンテック社製 商品名:U※ ※ TM-10T) を用いて試験片の引張り強さを測定し た。

#### 【0063】実施例2乃至7

着色剤であるニグロシン、アニリンブラック及びカーボ ンブラックを、下記表1に示すものにそれぞれ変更する 以外は実施例1と同様にして、実施例2乃至7の、外観 及び表面光沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片 [48×86×3 (mm)]を得た。

【0064】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を後記表3に示

[0065]

【表1】

実施例	ニグロシ	<u>ب</u>	アニリンプラ・	カーボン	混合比		
例	商品名	数量 g	商品名	数量g	商品名	数量 g	(N : A : C)
2	ニグロシンペース BX	0.18	No. 25 7=9775+9	0.09	# 960	0.03	6:3:1
3	スピリットプラック SB	0.18	No. 25 7=1)775+9	0.06	# 960	0.06	6:2:2
4	スピリットブラック SA	0.15	No. 2 スーパーブラック	0.09	# 960	0.08	5:3:2
5	スピリットプラック SA	0.15	No. 2 スーパーブラック	0.06	# 960	0.09	5:2:3
6	スピリットプラック SA	0.21	No. 2 スーパーブラック	0.06	# 960	0.03	7:2:1
7	スピリットプラック SA	0.24	No. 2 スーパーブラック	0.03.	# 960	0.03	8:1:1

表1中の商品名はそれぞれ次に示すメーカーの製品であ

スピリットブラックSA (オリエント化学工業社製ニ グロシンの商品名)

スピリットブラックSB (オリエント化学工業社製ニ 50 ラックの商品名)

グロシンの商品名)

ニグロシンベース EX (オリエント化学工業社製ニ グロシンの商品名)

No. 2スーパーブラック (東京色材社製アニリンブ

特開平9-255869

No. 25アニリンブラック (東京色材社製アニリンブ ラックの商品名)

#960

(三菱化学社製カーボンブラック

の商品名)

次に、実施例8及び9は、着色剤の一部が高級脂肪酸塩 である例に関する。

【0066】実施例8

ニグロシン(オリヱント化学工業社製 商品名:ニグロ シンベースEX) 50gとステアリン酸28.4gを1\* \*リットル容量のフラスコに入れ、その中にメタノール3 00mlを加えて50℃で1時間攪拌した。攪拌後の溶 液をロータリーエバポレーター(東京理化社製 商品 名: N-2-29) に移し、メタノールを回収しすると とにより、黒色染料例1(黒色粉体)86.6gを得 た。

【0067】次に、下記配合物をステンレス製タンブラ ーに入れ、1時間撹拌混合した。

ガラス強化ナイロン6 (宇部興産社製 商品名: 1011GC-4) ····100g

黑色染料例1(黒色粉体) ··· 0.15g

アニリンブラック(東京色材社製 商品名: No. 2 スーパーブラック) ・・

··0.12a

カーボンブラック(三菱化学社製 商品名:#960) ···· 0.03q

その混合物をベント式押出機(エンプラ産業社製 商品 名: E30SV) により250℃で溶融混合して常法に て着色ペレットを作成し、このペレットを乾燥機に入れ て80℃で3時間乾燥させた。

【0068】乾燥させた着色ペレットを、射出成形機 (川口鉄鋼社製 商品名: K50-C)を用いて、24 20 オレイン酸カリウム26.0gを70℃の水100gに 0℃で通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面 光沢が良好で、色むらがない均一な黒色の試験片[48] ×86×3 (mm)]を得た。

【0069】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表3に示 す。

ットブラックSB) 40gとアニリンブラック(東京色 材社製 商品名: No 2 アニリンブラック) 20 gを1 リットル容量のフラスコに入れ、その中に水500gを 加えて高速攪拌しながら加熱した。その分散液に対し、

※ニグロシン(オリヱント化学工業社製 商品名:スピリ

溶解させた水溶液を徐々に滴下した。その混合物を50 ℃で3時間攪拌した後、濾過して濾取物を水洗し、それ を70℃で乾燥することにより、黒色染料例2(黒色粉 体) 81.0gを得た。

【0071】次に、下記配合物をステンレス製タンブラ ーに入れ、1時間撹拌混合した。

【0070】実施例9

Ж

ガラス強化ナイロン6 (宇部興産社製 商品名:1011GC-4) ····100q 黒色染料例2(黒色粉体) ····0.27g

カーボンブラック (三菱化学社製 商品名:#960) ···· 0.03g

その混合物をベント式押出機(エンプラ産業社製 商品 名: E30SV) により250 ℃で溶融混合して常法に て着色ペレットを作成し、このペレットを乾燥機に入れ て80℃で3時間乾燥させた。

【0072】乾燥させた着色ペレットを、射出成形機 (川口鉄鋼社製 商品名: K50-C)を用いて、24 0℃で通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面 光沢が良好で、色むらがない均一な黒色の試験片 [48★ ★×86×3 (mm)]を得た。

【0073】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表3に示 す、

【0074】次に、実施例10は、先ずマスターバッチ (高濃度成形物)を製造し、そのマスターバッチを繊維 強化ポリアミド樹脂で希釈成形する例に関する。

【0075】実施例10

ナイロン6 (東レ社製 商品名: CM1017) ···· 75.0q

ニグロシン (オリエント化学工業社製 商品名:スピリットブラックSA)

· 17.5q

アニリンブラック(東京色材社製 商品名: No. 2 スーパーブラック) ・・

カーボンブラック (三菱化学社製 商品名:#960) ···· 2.5g

上記配合物をステンレス製タンブラーに入れ、1 時間撹 拌混合した。

【0076】その混合物を、二軸押出機(池貝鉄工社製 商品名:PCM-30)を用いて発生ガスを吸引しつ つ250℃で溶融混練することにより、黒色ペレットを 得た。このペレットを一昼夜120℃で減圧乾燥させる 50 ーに入れて1時間撹拌混合した。

ことにより、着色剤濃度25重量%のマスターバッチを 得た。

【0077】このマスターバッチを、ガラス強化ナイロ ン6 (宇部興産社製 商品名:1011GC-4)で1 00倍濃度(重量比)に希釈し、ステンレス製タンブラ

特開平9-255869

【0078】その混合物を乾燥機に入れて80℃で3時 間乾燥させることにより得た着色ベレットを、射出成形 機(川口鉄鋼社製 商品名: K50-C)を用いて24 0℃で通常の方法により射出成形したところ、外観及び 表面光沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片[4\*

15

\*8×86×3 (mm)]を得た。

【0079】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表3に示 す。

【0080】比較例1

商品名: 1011GC-4) ····100q ガラス強化ナイロン6(宇部興産社製 ニグロシン (オリヱント化学工業社製 商品名:スピリットブラックSA)

· · 0.3q

上記配合物を用い、実施例1と同様にして着色ペレット を作成して射出成形することにより、色むらがない均一 10 す。

※撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表3に示

な黒色の試験片 [48×86×3 (mm)] を得た。

【0082】比較例2

【0081】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝※

ガラス強化ナイロン6 (宇部興産社製 商品名:1011GC-4) ····100g

カーボンブラック(三菱化学社製 商品名:#960 ) ···· 0.3q

上記配合物を用い、実施例1と同様に着色ペレットを作 成して射出成形したところ、ガラス繊維が表面に浮き出 て表面光沢が少なく、また着色剤の分散が不均一で色む らが大きい黒色の試験片 [48×86×3 (mm)]を 得た。

撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表3に示 す。

【0084】比較例3乃至5

★ うにそれぞれ変更する以外は比較例 1 と同様に押出機で 着色ペレットを製造して射出成形したところ、比較例3 乃至5の、外観及び表面光沢が良好で色むらがない、均 一な黒色の試験片 [48×86×3 (mm)]を得た。 【0085】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 【0083】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 20 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表3に示 す。

[0086]

【表2】

比較例1の着色剤であるニグロシンを下記表2に示すよ★

比較例	ニグロシン		アニリンプラ	カーポンフ	混合比		
例	商品名	数量 g	商品名	数量 g	商品名	数量g	(N : A : C)
3	スピリットブラック SA	0.24		-	# 960	0.06	8:0:2
4	スピリットプラック SA	0.24	No. 2 スーパーブラック	0.06		-	8:2:0
5		-	No. 2 スーパーブラック	0.30		_	0:10:0

#### [0087]

#### ☆ ☆【表3】

	外觀試験	i	耐光性試験 OD値			アイゾット 衝撃値	引張り	混合比
	OD値	200時間	400時間	600時間	800時間	選挙版 KJ/m¹	N/mm³	(N : A : C)
実施例1	2.60	2.19	1.69	1.38	1.12	7.36	102.98	6:3:1
実施例2	2.55	2.12	1.69	1.40	1.12	7.32	101.93	6:3:1
実施例3	2.67	2.11	1.67	1.26	1.08	7.33	102.68	6:2:2
実施例4	2.46	2.06	1.61	1.33	0.97	7.37	102.43	5:3:2
実施例5	2.40	2.08	1.64	1.30	1.06	7.33	101.89	5:2:3
実施例6	2.52	1.80	1.00	0.79	0.69	7.39	102.15	7:2:1
実施例7	2.68	1.57	0.95	0.72	0.65	7.96	103.01	8:1:1
実施例8	2.46	2.08	1.65	1.32	1.03	7.34	101.56	5:4:1
実施例9	2.56	2.16	1.63	1.30	1.10	7.36	102.02	6:3:1
実施例	2.60	2.15	1.69	1.35	1.14	7.40	103.25	7:2:1
比較例1	2.73	0.62	0.62	0.62	0.51	7.40	101.79	10:0:0
比較例2	2.00	1.90	1.80	1.70	1.60	7.30	101.38	0:0:10
比較例3	2.42	1.42	1,20	1.08	0.92	7.35	100.56	8:0:2
比較例4	2.55	1.61	1.02	0.80	0.61	7.97	101.78	8:2:0
比較例5	2.20	1.35	1.06	0.80	0.61	7.32	101.93	0:10:0

実施例11乃至18並びに比較例6乃至10は、ポリア 50 ミド樹脂がナイロン66である例に関する。

17

【0088】実施例11

ガラス強化ナイロン66[ポリアミド樹脂:ガラス繊維=80:20の重量混合 比の繊維強化ポリアミド樹脂] (デュポン社製 商品名:ジテール70G-33

L) ···· 100g

ニグロシン(オリヱント化学工業社製 商品名:スピリットブラックSA)

·· 0.18a

アニリンブラック(東京色材社製 商品名: No. 2 スーパーブラック) ・・

カーボンブラック (三菱化学社製 商品名:#960) ···· 0.03g

上記配合物をステンレス製タンブラーに入れ、1時間撹 10\*す。

拌混合した。

【0089】その混合物をベント式押出機(エンプラ産 業社製 商品名: E30SV) により280℃で溶融混 合して常法にて着色ペレットを作成し、このペレットを 乾燥機に入れて80℃で3時間乾燥させた。

【0090】乾燥させた着色ペレットを、射出成形機 (川口鉄鋼社製 商品名: K50-C)を用いて270 ℃で通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面光 沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片[48×8 6×3 (mm)]を得た。

【0091】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示\* 【0092】実施例12乃至17

実施例11の着色剤であるニグロシン、アニリンブラッ ク及びカーボンブラックを下記表4に示すものにそれぞ れを変更する以外は実施例11と同様にして、実施例1 2乃至17の、外観及び表面光沢が良好で色むらがない 均一な黒色の試験片 [48×86×3 (mm)] を得

【0093】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示

20 す。

[0094]

【表4】

実施	ニグロシン		アニリンプラック	カーボン	混合比		
例	商品名	数量g	商品名	数選 g	商品名	数量	(N:A:C)
12	ニグロシンベース RX	0.18	No. 25 7=4775+9	0.09	# 950	0.03	6:3:1
13	スピリットプラック SB	0.18	No. 25 7=17/75+7	0.06	# 960	0.06	6:2:2
14	スピリットブラック SA	0.15	No. 2 スーパーブラック	0.09	# 980	0.06	5:3:2
15	スピリットブラック SA	0.15	No. 2 スーパープラック	0.06	# 960	0.09	5:2:3
18	スピリットブラック SA	0.21	No. 2 スーパーブラック	0.06	# 980	0.03	7:2:1
17	スピリットプラック SA	0.24	No. 2 スーパーブラック	0.03	# 860	0.03	8:1:1

次に、実施例18及び19は、着色剤の一部が高級脂肪 ※【0095】実施例18 酸塩である例を示す。

ガラス強化ナイロン66(デュボン社製 商品名:ジテール70G-33L)・

黒色染料例1(黒色粉体) ··· 0.21g

アニリンブラック(東京色材社製 商品名: No. 2 スーパーブラック) ・・

カーボンブラック (三菱化学社製 商品名:#960) ···· 0.06g

拌混合した。

【0096】その混合物をベント式押出機(エンプラ産 業社製 商品名: E30SV) により280℃で溶融混 合して常法にて着色ペレットを作成し、このペレットを 乾燥機に入れて80℃で3時間乾燥させた。

【0.097】乾燥させた着色ペレットを、射出成形機

(川口鉄鋼社製 商品名: K50-C)を用いて270★

ガラス強化ナイロン66 (デュポン社製 商品名:ジテール70G-33L)・

· · 100a

黒色染料例2(黒色粉体)・・・・ 0.27g

上記配合物をステンレス製タンブラーに入れ、1時間撹 40★°Cで通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面光 沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片[48×8 6×3 (mm)]を得た。

> 【0098】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示 す。

【0099】実施例19

カーボンブラック (三菱化学社製 商品名:#960) ··· 0.03g

上記配合物をステンレス製タンブラーに入れ、1時間撹 拌混合した。

【0100】その混合物をベント式押出機(エンプラ産 業社製 商品名: E30SV) により280℃で溶融混 合して常法にて着色ペレットを作成し、このペレットを 乾燥機に入れて80℃で3時間乾燥させた。

【0101】乾燥させた着色ペレットを、射出成形機 (川口鉄鋼社製 商品名: K50-C)を用いて270 \* 沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片[48×8] 6×3 (mm)]を得た。

【0102】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示 す。

【0103】次に、実施例20は、先ずマスターバッチ (高濃度成形物)を製造し、そのマスターバッチを繊維 強化ポリアミド樹脂で希釈成形する場例に関する。

\*Cで通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面光×10 【0104】実施例20

ナイロン66 (デュポン社製 商品名:101L-NC10) ···· 70q ニグロシン (オリヱント化学工業社製 商品名: スピリットブラックSA)

アニリンブラック(東京色材社製 商品名: No. 2 スーパーブラック) ・・

· 7.5g

カーボンブラック (三菱化学社製 商品名:#960) · · · 7.5g

上記配合物をステンレス製タンブラーに入れ、1時間撹 拌混合した。

【0105】その混合物を、二軸押出機(池貝鉄工社製 つつ280℃で溶融混練することにより、黒色ペレット を得た。このペレットを一昼夜120℃で減圧乾燥する ことにより、着色剤濃度30重量%のマスターバッチを 得た。

【0106】このマスターバッチを、ガラス強化ナイロ ン66 (デュポン社製 商品名: ジテール70G-33 L)で100倍濃度(重量比)に希釈し、ステンレス製※

※ タンブラーに入れて 1 時間撹拌混合した。

【0107】その混合物を乾燥機に入れて80℃で3時 間乾燥させることにより得た着色ペレットを、射出成形 商品名: PCM-30) を用いて、発生ガスを吸引し 20 機(川口鉄鋼社製 商品名: K50-C) を用いて27 0℃で通常の方法で射出成形したところ、外観及び表面 光沢が良好で色むらがない均一な黒色の試験片[48× 86×3 (mm)]を得た。

> 【0108】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示

【0109】比較例6

ガラス強化ナイロン66(デュポン社製 商品名:ジテール70G-33L)・・・

· · 100a

ニグロシン(オリヱント化学工業社製 商品名:スピリットブラックSA) ・・

· 0.3g

上記配合物を用いて、実施例11と同様に着色ペレット を作成して射出成形することにより、色むらがない均一 な黒色の試験片 [48×86×3 (mm)] を得た。

★撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示

【0111】比較例7

【0110】との試験片の外観、耐光性、アイゾット衝★

ガラス強化ナイロン66(デュボン社製 商品名:ジテール70G-33L)・

· 100a カーボンブラック (三菱化学社製 商品名: #960 ) ···· 0.3g

上記配合物を用いて、実施例11と同様に着色ペレット き出て表面光沢が少なく、また着色剤の分散が不均一で 色むらが大きい黒色の試験片[48×86×3(m m) ] を得た。

【0112】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示 す、

【0113】比較例8乃至10

比較例6の着色剤であるニグロシンを下記表5に示すよ

うにそれぞれ変更する以外は比較例6と同様に押出機で を作成して射出成形したところ、ガラス繊維が表面に浮 40 着色ペレットを製造して射出成形したところ、比較例8 乃至10の、外観及び表面光沢が良好で色むらがない、 均一な黒色の試験片 [48×86×3 (mm)] を得

【0114】この試験片の外観、耐光性、アイゾット衝 撃値及び引張り強さに関する測定結果を、後記表6に示 す。

[0115]

【表5】

特開平9-255869

	21	•					22
莊	比 ニグロシン		アニリンブラ	カーポン	混合比		
較例	商品名	数量 g	商品名	数型g	商品名	数量g	(N : A : C)
8	スピリットブラック SA	0.24		-	<b># 960</b>	0.06	8:0:2
8	スピリットプラック SA	0.24	No. 2 2-K-15+9	0.06		-	8:2:0
10		-	No. 2 スーパーブラック	0.30		_	0:10:0

## [0116]

## \* \*【表6】

	外觀試験		耐光性試験	OD値	-	アイゾッ	引張り	混合比
	OD値	200時間	400時間	600時間	800時間	下衝撃値 KJ/m²	強さ N/mm³	(R:A:C)
実施例11	2.59	1.90	1.21	0.98	0.65	6.34	118.46	8:3:1
実施例12	2,61	1.90	1.18	1.07	0.78	6.58	117.46	6:3:1
実施例13	2.65	1.81	1.14	0.86	0.81	7.01	118.54	6:2:2
実施例14	2.63	1.87	1.20	1.09	0.82	6.98	115.29	5:3:2
実施例15	2.66	1.93	1.22	1.06	0.89	6.72	119.19	5:2:3
実施例16	2.62	1.87	1.21	1.03	0.72	6.99	119.73	7:2:1
実施例17	2.58	1.91	1.25	1.01	0.76	6.85	118.58	8:1:1
実施例 18	2.60	1.92	1.17	1.00	0.72	6.31	118.52	7:1:2
実施例19	2.62	1.89	1.15	1.02	0.73	6.42	118.63	6:3:1
実施例 20	2.61	1.93	1.20	1.05	0.78	7.05	119.21	2:1:1
比較例6	2.78	0.58	0.58	0.58	0.52	6.72	117.20	10:0:0
比較例7	2.05	2.00	2.00	2.00	1.90	6.42	117.35	0:0:10
比較例8	2.58	1.52	1.02	0.73	0.62	6.84	118.73	8:0:2
比較例9	2,67	1.66	0.86	0.62	0.44	6.88	118.48	8:2:0
比較例10	2.32	1.40	1.11	0.96	0.73	6.73	117.56	0:10:0

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

FΙ

C 0 8 K 7/14

技術表示箇所

C08K 7/14 CO8L 79/00

LQZ

C 0 8 L 79/00

LQZ

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載 【部門区分】第3部門第3区分 [発行日] 平成15年6月20日(2003.6.20)

[公開番号] 特開平9-255869

【公開日】平成9年9月30日(1997.9.30)

[年通号数]公開特許公報9-2559

[出願番号]特願平8-93376

【国際特許分類第7版】

C08L 77/00 C08K 3/04 5/3462 KKZ 5/35 7/02 KLC 7/14 LQZ

C08L 79/00

[FI]

C08L 77/00 KKQ C08K 3/04

5/3462 KKZ

5/35 7/02 KLC 7/14

C08L 79/00 LQZ

#### 【手続補正書】

【提出日】平成15年3月12日(2003.3.1

\*【補正方法】変更 【補正内容】

2) 【手続補正1】

[0087]

【補正対象書類名】明細書

【表3】

【補正対象項目名】0087

\*

	外観試験	1	耐光性試験	OD健	OD健		引張り	混合比
	OD 位	200時間	400時間	600時期	800時間	医学値 医リノニ	N/mm	(N : A : C)
実施例1	2.60	2.19	1.69	1.38	1,12	7.36	102.98	6:3:1
実施列2	2.55	2.13	1.69	1.40	1.12	7.32	101.99	6:9:1
夹触剂3	2.57	2.11	L.67	1.26	1.08	7.33	102.56	6:2:2
実施例4	2.46	2.06	1.61	1.33	0.97	7,37	102.43	5:9:2
実施例5	2.40	2.08	1.64	1.30	1.06	7.33	101.89	5:2:3
実施例6	2,52	1.80	1.00	0.79	0.69	7.39	102.15	7:2:1
実施例7	2.68	1.57	0.95	0.72	0.65	7.36	103.01	8:1:1
実施例8	2.48	2.08	1.66	1.32	1.03	7.94	101.58	5:4:1
実施例9	2.56	2.16	1.63	1.30	<b>1.10</b>	7.36	102.02	6:3:1
実施例10	2.60	215	1.69	1.35	1.14	7.40	103.25	7:2:1
比較例1	2.73	0.62	0.62	0.62	0.51	7.40	101.79	10:0:0
比较例2	2.00	1.90	1.80	1.70	1.60	7.30	101.38	0:0:10
比较例3	2.42	1.42	1.20	1.08	0.92	7.35	100.58	8:0:2
比较例4	2.65	1.61	1.02	0.80	0.61	7.37	101.78	8:2:0
比較例5	2.20	1.35	1.06	0.80	0.61	7.32	101.99	0:10:0